

INK FOR INK JET RECORDING AND INK JET RECORDING METHOD

Patent Number: ☐ US2002002930
Publication date: 2002-01-10
Inventor(s): YAMASHITA YOSHIRO (JP); HASHIMOTO KEN (JP); INOUE HIROSHI (JP)
Applicant(s): FUJI XEROX CO LTD (US)
Requested Patent: ☒ JP11228898
Application Number: US19990250181 19990216
Priority Number(s): JP19980051383 19980217
IPC Classification: C09D11/00
EC Classification: C09D11/00C2B
Equivalents: ☐ US6375728

Abstract

Disclosed is an ink for ink jet recording comprising water, a pigment that is self-dispersible-in-water, and a water-soluble organic solvent, wherein said ink for ink jet recording contains a water-soluble organic compound having an S.P. value of 12 or less and a surface tension at 25 C. of less than 40 mN/m in an amount of from 3.0 to 15.0 wt % based on the entire weight of the ink. Also, disclosed are a method for producing the ink and an ink jet recording method by using the ink

Data supplied from the esp@cenet database - 12

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-228898

(43)公開日 平成11年(1999) 8月24日

(51)Int.Cl.⁸

識別記号

F I

C 0 9 D 11/02

C 0 9 D 11/02

B 4 1 J 2/01

B 4 1 J 3/04

1 0 1 Y

審査請求 未請求 請求項の数18 F D (全 14 頁)

(21)出願番号 特願平10-51383

(22)出願日 平成10年(1998) 2月17日

(71)出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

(72)発明者 山下 嘉郎

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(72)発明者 井上 洋

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(72)発明者 橋本 健

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(74)代理人 弁理士 小田 富士雄 (外2名)

(54)【発明の名称】 インクジェット記録用インク及びインクジェット記録方法

(57)【要約】

【課題】 長期保存安定性が良好で、普通紙上における乾燥が速く、良好な印字品質が得られ、しかも耐水性／耐擦過性に優れたインクジェット記録用インク、その製造方法、及びそれを用いたインクジェット記録方法を提供する。

【解決手段】 水、水に自己分散可能な顔料及び水溶性有機溶剤を含有するインクジェット記録用インクにおいて、S. P. 値が12以下で25℃における表面張力が40mM/m未満の水溶性有機化合物を、インクの全重量に基づいて、3.0wt%～15.0wt%含有する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 水、水に自己分散可能な顔料及び水溶性有機溶剤を含有するインクジェット記録用インクにおいて、S. P. 値が 12 以下で 25℃における表面張力が 40 mN/m 未満の水溶性有機化合物を、インクの全重量に基づいて、3.0 wt % ~ 15.0 wt % 含有することを特徴とするインクジェット記録用インク。

【請求項 2】 画像面積率 100% のソリッド画像を普通紙上に印字した場合の乾燥時間が、5 秒未満であることを特徴とする請求項 1 記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 3】 水に自己分散可能な顔料の数平均分散粒径が、15 nm ~ 100 nm であることを特徴とする請求項 1 記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 4】 水に自己分散可能な顔料の分散粒度分布が、3.5 以下であることを特徴とする請求項 1 記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 5】 インク中に含まれる 0.5 μm を越える粒子径を有する粒子数が、 6×10^{10} 個/dm³ 以下であることを特徴とする請求項 1 記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 6】 水溶性有機化合物の分子量が、400 未満であることを特徴とする請求項 1 記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 7】 水溶性有機化合物の S. P. 値が、8 以上であることを特徴とする請求項 1 記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 8】 水溶性有機化合物が、R-O-X_nH (R: C₁-C₈ のアルキル、アルケニル、アルキニル、フェニル、アルキルフェニル及びシクロアルキルからなる群から選ばれる官能基、X: オキシエチレンまたはオキシプロピレン、n=1~8 の整数) で示される化合物であることを特徴とする請求項 1 記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 9】 インクの表面張力が、20 mN/m ~ 40 mN/m であることを特徴とする請求項 1 記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 10】 インクの粘度が、1.8 mPa·s ~ 4.0 mPa·s であることを特徴とする請求項 1 記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 11】 インクの導電率が、0.03 S/m ~ 0.4 S/m であることを特徴とする請求項 1 に記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 12】 水に自己分散可能な顔料を、超音波ホモジナイザーまたは高圧ホモジナイザーを用いて水中に分散する工程と、分散した顔料、水、水溶性有機溶剤及び S. P. 値が 12 以下で 25℃における表面張力が 40 mN/m 未満の水溶性有機化合物を混合する工程とを含むことを特徴とするインクジェット記録用インクの製造方法。

【請求項 13】 遠心分離による粗大粒子除去工程を含むことを特徴とする請求項 12 記載のインクジェット記録用インクの製造方法。

【請求項 14】 請求項 1 ~ 11 のいずれか記載のインクを、記録信号に応じてオリフィスから吐出させて、被記録材上に記録を行うことを特徴とするインクジェット記録方法。

【請求項 15】 インクに熱エネルギーを作用させて、インクを吐出させることを特徴とする請求項 14 記載のインクジェット記録方法。

【請求項 16】 複数のパルスを印加して、1 個のインクの液滴を形成して吐出させることを特徴とする請求項 14 記載のインクジェット記録方法。

【請求項 17】 吐出されたインクと固着剤とを被記録材上で混合させる工程を含むことを特徴とする請求項 14 記載のインクジェット記録方法。

【請求項 18】 1 ドロップ当たりの吐出量が 1 ng 以上 20 ng 以下であることを特徴とする請求項 14 記載のインクジェット記録方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、インクジェット方式の記録装置（プリンタ、複写機、ファックス、ワープロ、プロッター等）に使用されるインクジェット記録用インク、その製造方法及びそれを用いたインクジェット記録方法に関する。

【0002】

【従来の技術】液体または熔融固体インクを、ノズル、スリット、多孔質フィルム等から吐出し、紙、布、フィルム等の被記録材上に記録を行ういわゆるインクジェット方式の記録装置は、小型で安価、静寂性等の利点を有するため、種々の検討が行われている。近年では、レポート用紙、コピー用紙等のいわゆる普通紙上に良好な印字品質が得られる黒色の単色プリンタだけでなく、フルカラー記録が行える製品が数多く市販されており、記録装置の分野で大きな位置を占めるようになった。

【0003】インクジェット記録装置で用いられるインクは、通常、主に溶媒、色材、添加剤から構成されている。インクジェット記録用インクに関しては、(1)紙上の滲み、かぶりのない高解像度、高濃度で均一な画像が得られること、(2)インク乾燥によるノズル先端の目詰まりが発生せず、常に吐出応答性や吐出安定性が良好であること、(3)紙上でのインクの乾燥性が良いこと、(4)画像の堅牢性が良いこと、(5)長期保存安定性が良いこと、等の要求特性がある。

【0004】これらの要求特性を満たすための改善策として、様々な手段が講じられている。例えば、上記

(3)の紙上でのインクの乾燥性は、記録装置のスPEEDをアップしたり、カラー印字を行う際の混色滲みを防止するために重要であり、浸透性または揮発性の高い溶

媒を用いたり、界面活性剤を添加すること等による改善が従来より行われてきた。

【0005】また、上記(4)の画像の堅牢性に関しては、色材として、染料の代りに顔料を使用することにより、耐水性を改善したインクが数多く開示されている

(特開昭56-147869号公報、特開平2-255875号公報、米国特許第5085698号明細書

等)。しかし、顔料インクを使用した場合、耐水性は向上するが、耐擦過性が染料インクに比べて劣るという欠点がある。さらに、顔料インクを使用すると、上記

(5)の長期保存安定性に関して、染料インクに比べて一般的に劣るものとなるという問題もある。

【0006】顔料を使用した場合の問題を解決する方法として、例えば、米国特許第5571311号明細書には、カーボンブラックに水可溶化基を含む置換基をアゾカップリングする方法、特開平8-81646号公報には、水溶性モノマー等をカーボンブラック表面に重合させる方法、特開平8-3498号公報には、カーボンブラックを酸化処理する方法が開示されている。しかし、長期保存安定性が良好で、普通紙上における乾燥性が速く、良好な印字品質が得られ、しかも耐水性/耐擦過性に優れたインクジェット記録用インクは未だ見出されていない。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、このような従来の技術の課題を解決し、長期保存安定性が良好で、普通紙上における乾燥性が速く、良好な印字品質が得られ、しかも耐水性/耐擦過性に優れたインクを提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、水、水溶性有機溶剤及び水に自己分散可能な顔料を含有するインクジェット記録用インクにおいて、S.P.値が12以下で25℃における表面張力が40mN/m未満である水溶性有機化合物を、インクの全重量に基づいて、3.0~15.0wt%含有することにより、上記の目的を達成し得ることを見出し、本発明を完成させた。

【0009】すなわち、本発明は、水、水に自己分散可能な顔料及び水溶性有機溶剤を含有するインクジェット記録用インクにおいて、S.P.値が12以下で25℃における表面張力が40mN/m未満の水溶性有機化合物を、インクの全重量に基づいて、3.0~15.0wt%含有することを特徴とするインクジェット記録用インク、水に自己分散可能な顔料を、超音波ホモジナイザーまたは高圧ホモジナイザーを用いて水中に分散する工程と、分散した顔料、水、水溶性有機溶剤及びS.P.値が12以下で25℃における表面張力が40mN/m未満の水溶性有機化合物を混合する工程とを含むことを特徴とするインクジェット記録用インクの製造方法、及び、前記インクを、記録信号に応じてオリフィスから吐出さ

せて、被記録材上に記録を行うことを特徴とするインクジェット記録方法からなる。

【0010】以下、本発明を詳細に説明する。本発明において使用される「水に自己分散可能な顔料」とは、その表面に水に対する可溶化基を数多く含み、分散剤の存在がなくても安定に分散する顔料である。本発明の「水に自己分散可能な顔料」であるためには、超音波ホモジナイザー、ナノマイザー、マイクロフルイダイザー、ボールミル等の分散装置を用いて、分散剤を用いずに、水95wt%/顔料5wt%の濃度となるように顔料を水に分散させて、初期顔料濃度を測定し、その後、分散液をガラス瓶で1日放置した後、上澄みの顔料濃度を測定した場合に、その顔料濃度が初期濃度の98%以上であればよい。

【0011】本発明の「水に自己分散可能な顔料」は、通常の顔料に、酸・塩基処理、カップリング剤処理、ポリマーグラフト処理、プラズマ処理または酸化/還元処理等の表面改質処理を施すことにより製造することができる。このような表面処理を行なうことにより、水に対する可溶化基を通常の顔料より多く含むようになり、自己分散が可能となる。表面改質処理を施される通常の顔料としては、Raven 5250、Raven 3500、Raven 5750、Raven 1080、Regal 330R、Mogul L、Monarch 1000、Color Black FW2、Black Pearl L、Printex V、Special Bk 4A、三菱No.25等のカーボンブラックを好ましい例として挙げることができるが、C.I. Pigment Blue1、C.I. Pigment Blue 3、C.I. Pigment Blue 15、C.I. Pigment Blue 15-3、C.I. Pigment Blue 16、C.I. Pigment Blue 60等のシアン顔料、C.I. Pigment Red 5、C.I. Pigment Red 12、C.I. Pigment Red 48、C.I. Pigment Red 112、C.I. Pigment Red 122、C.I. Pigment Red 146、C.I. Pigment Red 168、C.I. Pigment Red 202等のマゼンタ顔料、C.I. Pigment Yellow 1、C.I. Pigment Yellow 2、C.I. Pigment Yellow 3、C.I. Pigment Yellow 13、C.I. Pigment Yellow 16、C.I. Pigment Yellow 73、C.I. Pigment Yellow 83、C.I. Pigment Yellow 98、C.I. Pigment Yellow 114、C.I. Pigment Yellow 128、C.I. Pigment Yellow 154等のカラー顔料を用いることができる。

【0012】また、本発明の「水に自己分散可能な顔料」は、市販の水に自己分散可能な顔料をそのまま用いることもできる。このような市販の顔料の例としては、Cab-o-jet-200、Cab-o-jet-300、IJX-55（以上、キャボット社製）、Microjet Black CW-1（オリエント化学社製）等が挙げられる。

【0013】水に自己分散可能な顔料に含まれる水に対する可溶化基は、ノニオン性、カチオン性、アニオン性のいずれであってもよいが、主にスルホン酸、カルボン酸、水酸基、リン酸等が望ましい。スルホン酸、カルボン酸、リン酸の場合には、そのまま遊離酸の状態でも用いることができるが、塩を形成していても構わない。塩を形成している場合には、酸の対イオンは、一般的に、 Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 及び有機アミンであることが好ましい。

【0014】本発明において水に自己分散可能な顔料の含有量は、全インク重量に基づいて、好ましくは0.1～20wt%、より好ましくは0.5～15wt%。特に好ましくは1～10wt%である。顔料の含有量が20wt%を越えると、ノズルの先端での目詰まりが生じやすくなる。含有量が0.1wt%未満となると、十分な濃度が得られない。

【0015】また、水に自己分散可能な顔料のインク中における数平均分散粒径は、15nm～100nmの範囲、特に15nm～50nmの範囲であることが好ましい。数平均分散粒径がこの範囲にあると、目詰まりが生じにくく、保存安定性にも優れたものとなる。数平均分散粒径が15nm未満となると、粒子単位体積当りの表面積が大きくなり、インク中で粒子間の接触面積が大きくなりやすくなるためか、インク粘度が高くなり、目詰まりを生じやすい。逆に、平均粒径が100nmを越えると、分散が不安定になりやすく、顔料の凝集及び沈降につながる傾向が見られる。

【0016】また、水に自己分散可能な顔料の分散粒度分布（体積平均分散粒径の数平均分散粒径に対する比）は、3.5以下、特に2.5以下であることが好ましい。分散粒度分布が3.5を越えると、数平均分散粒径が上記の範囲にあっても、一部の大きな分散粒子を核として凝集及び沈降を引き起こしやすくなる傾向がある。本発明において使用される「S. P. 値が12以下で表面張力が40mN/m未満の水溶性有機化合物」を、インクの全重量に基づいて、3.0wt%～15.0wt%含むことにより、分散粒度分布の値を3.5以下とすることができる。

【0017】さらに、熱エネルギーの作用によりインクを吐出させることを特徴とするインクジェット記録方式を利用する場合において、ヒータ上の焦げつきを抑制するために、インクに含まれる粒子径 $>0.5\mu\text{m}$ の粒子数を、 $\leq 6 \times 10^{10}$ 個/dm³、特に $\leq 3 \times 10^{10}$ 個

/dm³とすることが好ましい。粒子径 $>0.5\mu\text{m}$ の粒子数を上記の範囲にするためには、インクの製造において、遠心分離やろ過による粗大粒子除去工程を採り入れることが望ましい。インク中に含まれる粒子径 $>0.5\mu\text{m}$ の粒子数が、 6×10^{10} 個/dm³を越えると、目詰まりの原因となったり、保存中に顔料の沈降が生じたり、ヒータ上の焦げつきが加速されてドロップ量の低下が生じる場合がある。乾燥時間を早めるために多量の界面活性剤を加えると、通常の顔料分散系では粒子数が増大しやすいが、自己分散可能な顔料を用いることにより、 $>0.5\mu\text{m}$ の粒子数を抑制することが可能になる。

【0018】本発明において用いられる水溶性有機化合物は、S. P. 値（Solubility Parameter）が12以下のものであり、特に、12以下8以上のものであることが好ましい。S. P. 値が12を超えると、乾燥時間が長くなる。また、S. P. 値が8未満となると、水への溶解性が低下しやすくなる。また、本発明において用いられる水溶性有機化合物は、25℃における表面張力が40mN/m未満のものであり、特に、20mN/m以上40mN/m未満のものであることが好ましい。表面張力が40mN/m以上となると、被記録材に対する濡れ性が悪くなり、乾燥性や耐摩擦性が改善されない。また、20mN/m未満となると、記録材に対して濡れすぎるため、滲みや裏抜けが生じやすくなる。また、本発明において用いられる水溶性有機化合物は、分子量が400未満のものが好ましい。分子量が400以上となると、ノズルの目詰まり性が悪くなるので好ましくない。

【0019】これらの要件を満たす水溶性有機化合物としては、顔料分散安定性の点から、 $\text{R}-\text{O}-\text{XnH}$ （ R ： C_1-C_8 のアルキル、アルケニル、アルキニル、フェニル、アルキルフェニル及びシクロアルキルからなる群から選ばれる官能基、 X ：オキシエチレンまたはオキシプロピレン、 $n=1\sim 8$ の整数）で示される構造を有する化合物が好ましい。また、上記式中において、 R は C_3-C_6 、 n は1～6の整数であることが特に好ましい。上記式で示される構造を有する化合物の例としては、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノプロピルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノヘキシルエーテル、ジエチレングリコールモノプロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノプロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノプロピルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノフェニルエーテル等が挙げられる。これらの中でも、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノヘキシルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル

は好ましい。

【0020】本発明のインクジェット記録用インクは、このような水溶性有機化合物を、インクの全重量に基づいて、3.0wt%～15.0wt%、好ましくは3.0wt%～10.0wt%含有する。含有量が3.0wt%未満となると、浸透効果があり発現せず、乾燥速度が低下する。逆に、15.0wt%を越えると、過度の浸透により、滲みが生じやすくなったり、水に自己分散可能な顔料の分散安定性が低下するといった障害が生じる。

【0021】本発明において用いられる水溶性有機溶剤は、インクジェットインクにおいて水の蒸発を防止するために用いられるものであれば特に限定されないが、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ポリエチレングリコール、トリエチレングリコール、グリセリン、トリメチロールプロパン、1,2,6-ヘキサントリオール、1,5-ペンタンジオール、ジプロピレングリコール等の多価アルコール類、グルコース、フルクトース、ガラクトース、マンノース、キシロース等の糖類、チオジエタノール、2-メルカプトエタノール、チオグリセロール、スルホラン、ジメチルスルホキシド等の含硫黄溶媒類、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、シクロヘキシルピロリドン、モノエタノールアミン、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン等の含窒素溶媒を用いることができる。これらの中でも、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、チオジエタノール、スルホラン、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン等は好ましい。また、これらは単独で用いても2種以上を混合して用いてもよい。水溶性有機溶剤の含有量は、インクの全重量に基づいて、約1wt%～60wt%、特に約3wt%～50wt%とすることが望ましい。60wt%を越えると、インク粘度が上昇し、吐出安定性、吐出応答性が低下する。また、1wt%未満となると、水の蒸発の抑制が不十分となりやすく、目詰まりを起こしやすくなる場合がある。

【0022】本発明において用いられる水は、特に限定されないが、純水が好ましく、インクの全重量に基づいて、35wt%～95wt%含まれることが好ましい。35wt%未満となると、水に自己分散可能な顔料の分散安定性が悪化したり、インク粘度が高くなって吐出安定性が低下する場合があります。95wt%を越えると、蒸発量がノズル端部で多くなりやすく、目詰まりを生じる場合がある。

【0023】本発明のインクジェット記録用インクは、吐出安定化剤として、尿素、チオ尿素、エチレン尿素、エチレンチオ尿素、メチル尿素、ジメチル尿素、メチルチオ尿素、ジメチルチオ尿素等を、単独または2種以上を混合して含有することができる。これらの吐出安定化剤の含有量は、インクの重量に対して、約0.5wt%～15wt%、特に約1wt%～10wt%とすることが好まし

い。

【0024】また、本発明のインクジェット記録用インクは、界面活性剤として、ノニオン性活性剤、例えば、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンステロール、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸アミド、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー、テトラメチルデシンジオール、テトラメチルデシンジオールエチレンオキサイド付加物等、アニオン界面活性剤、例えば、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルフェニルスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、高級脂肪酸塩、高級脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、高級脂肪酸エステルのスルホン酸塩、高級アルコールエーテルの硫酸エステル塩及びスルホン酸塩、高級アルキルスルホコハク酸塩、ナフタレンスルホン酸塩のホルマリン縮合物、ポリスチレンスルホン酸塩、ポリアクリル酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩、アルキルエーテルカルボン酸塩、アルキル硫酸塩、アクリル酸-アクリル酸エステル共重合体等の他、ポリシロキサンポリオキシエチレン付加物等のシリコン系界面活性剤やパーフルオロアルキルカルボン酸塩、パーフルオロアルキルスルホン酸塩、オキシエチレンパーフルオロアルキルエーテル等のフッ素系界面活性剤、スピクリスポール酸やラムノリビド、リゾレシチン等のバイオサーファクタント等を含有することができる。これらの界面活性剤は、単独または2種以上を混合して使用することができる。

【0025】界面活性剤のHLBは、顔料分散安定性を考慮して、5～25の範囲であることが好ましい。界面活性剤の添加量は、インクの全重量に基づいて、約0.001wt%～1wt%、特に、約0.005wt%～0.5wt%とすることが好ましい。これらの界面活性剤は、インクジェットヘッドのワイパークリーニング性向上にも寄与する。

【0026】また、本発明のインクジェット記録用インクは、pH調整剤として、塩酸、硫酸、硝酸、酢酸、クエン酸、シュウ酸、マロン酸、ホウ酸、リン酸、亜リン酸、乳酸等の酸や水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、アンモニア等の塩基、及び緩衝剤として、リン酸塩、シュウ酸塩、アミン塩やグッドバッファー等を含有することができる。本インクジェット記録用インクのpHは、インクの保存安定性及びヘッドやカートリッジ部材の浸食を考慮して、pH4～12、特にpH5～11とすることが望ましい。

【0027】また、本発明のインクジェット記録用イン

クは、可溶化剤として、アセトアミド、ベタイン等、物性調整剤として、ポリエチレンイミン、ポリアミン類、ポリビニルピロリドン、ポリエチレングリコール、セルロース誘導体等、包接化合物として、シクロデキストリン、ポリシクロデキストリン、大環状アミン類、クラウンエーテル類等を含有することができ、さらに必要に応じて、防カビ剤、防錆剤、殺菌剤、酸化防止剤、キレート化剤、デンドリマー、ポリマーエマルション等を含有することができる。

【0028】本発明のインクジェット記録用インクは、画像面積率100%のソリッド画像を普通紙上に印字した場合の乾燥時間が、5秒未満であることを特徴とする。本発明における画像面積率100%のソリッド画像とは、単位面積当たりのインク量が略 $1.2\text{ mg/cm}^2 \sim 2.0\text{ mg/cm}^2$ の範囲にあるソリッド画像である。この5秒未満の乾燥時間は、上記のように、S.P.値が12以下、25℃における表面張力が 40 mN/m 未満の水溶性有機化合物を3.0wt%～15.0wt%含有することによって達成することができる。

【0029】また、本発明のインクジェット記録用インクの定常流粘度は、 $1.8\text{ mPa}\cdot\text{s} \sim 4.0\text{ mPa}\cdot\text{s}$ の範囲であることが好ましい。 $1.8\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 未満となると、ノズルからのこぼれ落ちが生じやすくなると同時に、顔料粒子が移動しやすくなるため、凝集が生じやすくなる。また $4.0\text{ mPa}\cdot\text{s}$ を越えると、吐出力に対する抵抗が大きくなる。

【0030】また、本発明のインクジェット記録用インクの導電率は、 $0.03\text{ S/m} \sim 0.4\text{ S/m}$ 、特に、 $0.05 \sim 0.3\text{ S/m}$ の範囲であることが好ましい。 0.03 S/m 未満となると、自己分散可能な顔料表面の解離が不十分で分散性が悪くなり、 0.4 S/m を越えると、顔料粒子周囲の電気二重層が薄くなり、粒子間距離が短くなって顔料の分散性が悪化する。したがって、インク導電率が高すぎないように、自己分散可能な顔料以外の電解質を必要最小限に抑えることが望ましい。

【0031】尚、インク中のMg及びFeの含有量は多くなると、顔料の凝集を促進させる他、熱エネルギーの作用によりインクを吐出させる記録方法を用いた場合、ヒータ上の焦げつきを増加させる傾向にあるため、5ppm未満とすることが望ましい。Mg及びFeの除去は、水洗、逆浸透膜／限外ろ過膜等によるろ過、イオン交換樹脂の利用、活性炭／ゼオライト等による吸着等を単独または組合せて行うことができる。また、Mg及びFeは主に顔料から混入するため、顔料自体／顔料分散液／インクそれぞれの状態において、効果的かつ適当な方法で除去すればよい。

【0032】以下、本発明のインクジェット記録用インクの製造方法について説明する。本発明のインクジェット記録用インクの製造においては、上記金属の混入を防

止するために、顔料を、分散メディアを使用せずに、超音波ホモジナイザーまたは高圧ホモジナイザーによる水中に分散する工程を含むことが好ましい。さらに、遠心分離により粗大粒子を除去する工程を含むことが好ましい。前記したように、インク中に含まれる粒子径 $>0.5\text{ }\mu\text{m}$ の粒子数が多くなると、分散不安定化やヒータ上の焦げつきを増大させるが、遠心分離による粗大粒子除去工程を用いることにより、効率的に粗大粒子を除去することができる。また、遠心分離作業を行う際には、顔料濃度は低い方が、粗大粒子除去に効果的である。

【0033】従って、本発明のインクジェット記録用インクの製造方法は、水に自己分散可能な顔料を、分散メディアを使用せずに、超音波ホモジナイザーまたは高圧ホモジナイザーにより、水中に分散させる工程と、分散させた顔料と、その他の材料である水、上記水溶性有機溶剤、上記水溶性有機化合物等を混合する工程とを含むことが好ましく、さらに、遠心分離による粗大粒子を除去する工程を含むことが好ましい。

【0034】以下、本発明のインクジェット記録方法について説明する。本発明のインクジェット記録方法は、本発明のインクジェット記録用インクを記録信号に応じてオリフィスから吐出させて被記録材上に記録を行なうことを特徴とする。また、インクに熱エネルギーを作用させてインクを吐出させると、ヒータ上の焦げつきを改善する効果が得られるので好ましい。また、複数のパルス印加により1個のインクの液滴を形成して吐出させることにより、ドロップ量が安定し連続吐出の際の吐出安定性を高める効果が得られる。さらに、インクジェット記録解像度を高くして、小ドロップ印字にするほど、画質および乾燥性改善の効果はより大きく現れるようになる。特に、1ドロップ当たりの吐出量は 20 ng 以下が好ましく、さらに好ましくは 15 nm 以下である。これはドロップの比表面積が大きくなるため表面の効果が強く出るためではないかと推定される。

【0035】また、本発明のインクジェット記録用インクと固着剤を被記録材上で混合させることにより、さらに、高解像、高濃度、高定着の画像を得ることができる。固着剤は、インク中の色材の浸透を抑制するための材料であり、例えば、多価金属塩、有機アミン及びその塩、四級アンモニウム塩、カチオン性ポリマー、ノニオン性ポリマー、アニオン性ポリマー等を用いることができる。これらの固着剤は、水溶液等の形態で、インク記録の前後またはインク記録と同時に被記録材に塗布すればよい。塗布の方法としては、インクと同様に、信号に応じてオリフィスから吐出させて被記録材に塗布する方法が効果的かつ効率的である。

【0036】（作用）以上のように、本発明において、水、水溶性有機溶剤、水に自己分散可能な顔料を含有するインクジェット記録用インクにおいて、S.P.値が12以下で25℃における表面張力が 40 mN/m 未満の

水溶性有機化合物を、インクの重量に基づいて、3.0～15.0wt%含有することにより、画像面積率100%のソリッド画像を普通紙上に印字した場合の乾燥時間が5秒未満であるインクジェット記録用インクを得ることができる。本発明のインクジェット記録用インクは、紙上における乾燥性が速く、耐水性、耐擦過性ともに優れ、長期保存安定性が良好で、印字品質も良好で、目詰まり等の問題が起こることもない。

【0037】水に自己分散可能な顔料と、S.P.値が12以下で25℃における表面張力が40mN/m未満の水溶性有機化合物を組み合わせて添加することによって、得られるこれらの効果のメカニズムは十分解明されていないが、以下のようなことが推定される。すなわち、インクの分散安定性に関しては、通常の顔料分散インクを使用した場合は、顔料に吸着した分散剤の働きによって水不溶性である顔料を凝集／沈降させずに分散させている。一方、本発明の水に自己分散可能な顔料を使用した場合は、分散剤なしの状態で自己分散している。インク中に浸透剤類が多く存在する場合には、浸透剤と分散剤との相互作用が強いと、分散剤が吸着している顔料から次第に離れ、顔料の凝集／沈降を引き起こしている可能

上記顔料分散液	50重量部
グリセリン (S.P.値：約20)	15重量部
ジエチレングリコールモノブチルエーテル (S.P.値：約10.5、 $\gamma=34\text{ mN/m}$)	5重量部
N,N-ビス(2-ヒドロキシエチル)-2- アミノメチルエタンスルホン酸	0.5重量部
NaOH	0.1重量部
純水	29.4重量部

上記の各成分を十分混合し、1 μm フィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。

【0039】(実施例2) Cab-o-jet-300

上記顔料分散液	35重量部
エチレングリコール (S.P.値：約18)	10重量部
プロピレングリコールモノブチルエーテル (S.P.値：約10.5、 $\gamma=26\text{ mN/m}$)	7重量部
尿素	5重量部
純水	43重量部

上記の各成分を十分混合し、1 μm フィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。

【0040】(比較例1) ジエチレングリコールモノブチルエーテル (S.P.値：約10.5、 $\gamma=34\text{ mN/m}$) を用いず、純水の量を34.4重量部としたこと以外は、実施例1と同様にしてインクを調製した。尚、グリセリンのS.P.値は20であり、 $\gamma=63\text{ mN/m}$ で

(比較例3)

カーボンブラック (Black Pearl L)	5重量部
スチレン-マレイン酸Naコポリマー	1重量部
グリセリン (S.P.値：約20)	15重量部
ジエチレングリコールモノブチルエーテル	

性が考えられるが、水に自己分散可能な顔料の場合はそのような心配がない。また、乾燥性と印字品質に関して、同じ浸透剤を用いても、顔料は染料に比べて粒子径が大きく、被記録材中の空隙を通過しにくいいため、過度の浸透が抑制され、乾燥時間が早くても滲みが少ないと考えられる。また、耐擦過性については、高表面張力のインクの場合、被記録剤に対する濡れが悪いが、表面張力が40mN/m以下になって濡れがよくなることにより、インクと被記録剤の接触面積が広がり、定着性が向上していると考えられる。さらに、目詰まりに関しては、通常の顔料分散インクに比べて、ノズル表面で浸透剤の割合が増した時に分散剤と浸透剤の相互作用による悪影響がないため、有利となると考えられる。

【0038】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳しく説明する。

(実施例1) Microjet Black CW-1 (オリエント社製) を、カーボン濃度が10wt%となるように水で希釈した後、遠心分離処理 (7000r.p.m.、30分) して、顔料分散液 (カーボン濃度8.3wt%) を得た。

(キャボット社製) を遠心分離処理 (8000r.p.m.、40分) して、顔料分散液 (カーボン濃度14.4wt%) を得た。

ある。

【0041】(比較例2) プロピレングリコールモノブチルエーテル (S.P.値：約10.5、 $\gamma=26\text{ mN/m}$) の量を0.5重量部とし、純水の量を50重量部としたこと以外は、実施例2と同様にして、インクを調製した。

【0042】

(S. P. 値: 約10.5、 $\gamma = 34 \text{ mN/m}$) 5重量部
 N, N-ビス(2-ヒドロキシエチル)-2-
 アミノメチルエタンスルホン酸 0.5重量部
 NaOH 0.1重量部
 純水 73.4重量部

カーボンブラック、スチレン-マレイン酸Naコポリマ
 ー及び純粋により、カーボンブラック分散液を調製した
 後、上記のその他の成分を十分混合し、 $1 \mu\text{m}$ フィルタ

ーで加圧ろ過し、インクを調製した。
 【0043】

(比較例4)

カーボンブラック(三菱MA-100) 4重量部
 スチレン-マレイン酸Naコポリマー 1重量部
 グリセリン(S. P. 値: 約20、 $\gamma = 63 \text{ mN/m}$) 15重量部
 N, N-ビス(2-ヒドロキシエチル)-2-
 アミノメチルエタンスルホン酸 0.5重量部
 NaOH 0.1重量部
 純水 79.4重量部

カーボンブラック、スチレン-マレイン酸Naコポリマ
 ー及び純粋により、カーボンブラック分散液を調製した
 後、上記のその他の成分を十分混合し、 $1 \mu\text{m}$ フィルタ
 ーで加圧ろ過し、インクを調製した。

【0044】(試験例1)実施例1、2及び比較例1～
 4において得られたインクを用いて、下記(1)～(1
 1)の評価を行なった。

(1) インク表面張力

23℃、55%RHの環境において、ウィルヘルミー型
 表面張力計を用いて測定した。

(2) インク粘度

23℃、55%RHの環境において、せん断速度1, 4
 00 S^{-1} で測定した。

(3) インク導電率

23℃、55%RHの環境において、導電率計(AOL
 -40:DKK社製)を用いて測定した。

【0045】(4) インク数平均分散粒径および分散粒
 度分布

23℃において、Microtrup UPA: Leeds & Northrup社製を用いて測定した。

(5) インク中に含まれる $>0.5 \mu\text{m}$ の粒子数

23℃において、Accusizer TM770 Optical Particle Sizer: Particle Sizing Systems社製を用
 い、得られた値をインク 1 dm^3 当りの値に換算した。

【0046】(6) インクドロップ量

23℃、55%RHの環境において、試作ヘッド(40
 0 dpi)を用い、周波数6kHzで、 $1/4 \text{ tone}$
 (2035×128 pulse)を3回吐出させ、イン
 クをインク吸収体の小片に受けて重さを測定し、1ド
 ロップの吐出重量を計算により求めた。

(7) 乾燥時間テスト

23℃、55%RHの環境において、評価用に試作した
 解像度 600 dpi のサーマルインクジェットプリンタ

を用い、代表的な普通紙としてFX-L紙(富士ゼロク
 ス社製)を用い、その紙上に、 $10 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ の
 画像面積率100%のソリッド画像をプリントし、印字
 してから、目視で液滴が紙上から見えなくなるまでの時
 間を測定した。

【0047】(8) 画像品質テスト

評価用に試作した解像度 400 dpi のサーマルインク
 ジェットプリンタを用いて、代表的な普通紙として、F
 X-L紙(富士ゼロックス社製)を用い、その紙上に、
 1 dot ライン、ソリッド画像の印字テストを行った。
 評価項目として、ラインの滲み、ソリッド画像の縁の均
 一性を調べ、評価は次の基準で行った。

a) ライン滲み

○・・・滲みなし

△・・・滲みわずかにあり

×・・・多くの部分でヒゲ状の滲みあり

b) ソリッド均一性

○・・・乱れなし

△・・・わずかに乱れあり

×・・・ガタガタで滑らかさに欠ける

【0048】(9) 耐摩擦性テスト

評価用に試作した解像度 400 dpi のサーマルインク
 ジェットプリンタを用いて、画像の印字を行い、印字後
 1日経過した後、画像部を指で擦り、画像部の色落ち具
 合と非画像部に対する汚れを次の基準で評価した。

○・・・画像濃度の低下がみられず、非画像部も全
 く汚れなし

△・・・画像濃度はほとんど低下していないが、や
 や非画像部に汚れがある

×・・・画像濃度が低下し、非画像部の汚れが目立
 つ

【0049】(10) 耐目詰まり性テスト

評価用に試作した解像度 400 dpi のサーマルインク
 ジェットプリンタを用いて、吐出停止後、キャップしな

い状態で、23℃、55%RHの環境において放置し、吐出再開した時に、画像乱れが生じるまでの放置時間を測定した。評価は次の基準で行った。

○・・・・・・1分以上

△・・・・・・0.5分～1分

×・・・・・・0.5分未満

【0050】(11)インク保存安定性テスト

60℃及び-20℃において1か月保存した後、1μmフィルターでの再ろ過を行い、再ろ過後のインクを解像度400dpiのサーマルインクジェットプリンタを用

10
表1

いて印字した。評価は次の基準で行った。

○・・・・・・保存後でろ過性に变化なし。画像濃度変化なし

△・・・・・・保存後若干ろ過速度の低下がみられるが、画像濃度は変化なし

×・・・・・・保存後インクのフィルター詰まりが激しく、大きく画像濃度が低下した。

【0051】

【表1】

	実施例		比較例			
	1	2	1	2	3	4
インク表面張力 (mN/m)	37	34	60	37	37	57
インク粘度 (mPa·s)	3.0	2.8	2.3	2.3	3.4	2.5
インク導電率 (S/m)	0.12	0.18	0.16	0.22	0.15	0.15
インク数平均 分散粒径 (nm)	27	41	25	40	37	48
粒径分布	1.8	2.2	1.8	2.0	2.7	2.3
>0.5μm粒子 数 (×10 ¹⁰)	0.4	2.4	0.5	2.0	12.5	2.5
インクドロップ 量 (ng)	48	52	51	49	46	49
乾燥時間テスト (秒)	2	1	40	15	2	40
画像品質テスト a)	○	○	○	×	○	○
画像品質テスト b)	○	○	○	×	○	○
耐摩耗性テスト	○	○	×	△	○	×
耐目詰まり性 テスト	○	○	○	○	×	○

インク保存安定性

テスト ○ ○ ○ ○ × ○

【0052】（実施例3）Microjet Black CW-1（オリエント社製）を遠心分離処理（8000r.p.m.、20分）した後、5 μ mフィルター、次の

上記カーボンブラック分散液 25重量部
 トリエチレングリコールモノブチルエーテル
 （S.P.値：約10、 $\gamma=34$ mN/m） 4重量部
 プロピレングリコール（S.P.値：約16） 10重量部
 サーフイノール440（HLB約6） 0.3重量部
 尿素 3重量部
 純水 57.7重量部

【0053】上記の各成分を十分混合し、1 μ mフィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度、表面張力、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び>0.5 μ mの粒子数は、それぞれ、2.6 mPa s、29 mN/m、0.09 S/m、24 nm、1.9、 1×10^{10} 個で、ドロップ量は51 ngであった。乾燥時間は3秒、画像品質テスト、耐摩擦性テスト、耐目詰

で2 μ mフィルターにより加圧ろ過し、顔料分散液（カーボン濃度15.7 wt %）を得た。

まり性テスト及びインク保存安定性テストの結果は、すべて○であった。

【0054】（実施例4）Cab-o-jet-300（キャボット社製）を、超音波ホモジナイザーで30分処理した後、水で10%濃度に希釈し、遠心分離処理（7000r.p.m.、20分）して顔料分散液（カーボン濃度8.8%）を得た。

上記カーボンブラック分散液 50重量部
 ジエチレングリコール（S.P.値：約15） 10重量部
 N-メチル-2-ピロリドン
 （S.P.値：約11、 $\gamma=48$ mN/m） 5重量部
 ジプロピレングリコールモノブチルエーテル
 （S.P.値：約10、 $\gamma=29$ mN/m） 5重量部
 純水 30重量部

【0055】上記の各成分を十分混合し、1 μ mフィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度、表面張力、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び>0.5 μ mの粒子数は、それぞれ、2.5 mPa s、33 mN/m、0.18 S/m、25 nm、2.1、 6×10^{10} 個で、ドロップ量は49 ngであった。乾燥時間は1.5秒、画像品質テスト、耐摩擦性テスト、耐目詰まり性テスト及びインク保存安定性テストの結果は

すべて○であった。

【0056】（実施例5）カーボンブラック（Raven 5750）を、次亜塩素酸Naで表面酸化処理した後、脱塩後pH7.5に調整し、純水を溶媒として、超音波ホモジナイザーを用いて分散した。分散後、遠心分離処理（7000r.p.m.、20分）して顔料分散液（カーボン濃度11%）を得た。

上記顔料分散液 40重量部
 トリエチレングリコール（S.P.値：約14） 10重量部
 プロピレングリコールモノプロピルエーテル
 （S.P.値：約11、 $\gamma=26$ mN/m） 8重量部
 ポリオキシエチレンアルキルエーテル 0.3重量部
 純水 41.7重量部

【0057】上記の各成分を十分混合し、1 μ mフィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度、表面張力、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び>0.5 μ mの粒子数は、それぞれ、2.5 mPa s、36 mN/m、0.17 S/m、59 nm、2.1、 8×10^{10} 個で、ドロップ量は47 ngであった。乾燥時間は2秒、画像品質テスト、耐摩擦性テスト、耐目詰まり性テスト及びインク保存安定性テストの結果は○で

あった。

【0058】（実施例6）カーボンブラック（三菱MA-100）に対し、スチレンスルホン酸Naをグラフトポリマー処理した後、純水を溶媒として超音波ホモジナイザーを用いて分散し、その後、遠心分離処理（8000r.p.m.、40分）して顔料分散液（カーボン濃度7.8 wt %）を得た。

上記顔料分散液

60重量部

チオジエタノール	20重量部
ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー	0.1重量部
ジエチレングリコールモノヘキシルエーテル	
(S. P. 値: 約10、 $\gamma = 29 \text{ mN/m}$)	3重量部
純水	16.9重量部

【0059】上記の各成分を十分混合し、 $1 \mu\text{m}$ フィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度、表面張力、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び $>0.5 \mu\text{m}$ の粒子数は、それぞれ、 $2.6 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、 33 mN/m 、 0.15 S/m 、 47 nm 、2.4、 2.4×10^{10} 個で、ドロップ量は 53 ng であった。乾燥時間は1秒、画像品質テスト、耐摩擦性テスト、耐目詰まり性テスト、及びインク保存安定性テストの結果はす

上記顔料分散液	5重量部
トリメチロールプロパン	15重量部
グリセリン (S. P. 値: 約20)	5重量部
プロピレングリコールモノブチルエーテル	
(S. P. 値: 約10.5、 $\gamma = 26 \text{ mN/m}$)	5重量部
ポリオキシエチレンパーフルオロアルキルエーテル	
(HLB約13)	0.01重量部
純水	70重量部

【0061】上記の各成分を十分混合し、 $1 \mu\text{m}$ フィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度、表面張力、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び $>0.5 \mu\text{m}$ の粒子数は、それぞれ、 $3.3 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、 23 mN/m 、 0.14 S/m 、 44 nm 、2.3、1.

(実施例8)

実施例2で用いた顔料分散液	30重量部
1, 5-ペンタンジオール (S. P. 値: 約12.5)	10重量部
ジプロピレングリコールモノエチルエーテル	
(S. P. 値: 約10.5、 $\gamma = 28 \text{ mN/m}$)	8重量部
イソプロピルアルコール	3重量部
シリコンポリオキシエチレン付加物 (HLB約7)	0.1重量部
ポリオキシエチレンオレイルエーテル (HLB約12)	0.3重量部
純水	48.6重量部

【0063】上記の各成分を十分混合し、 $1 \mu\text{m}$ フィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度、表面張力、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び $>0.5 \mu\text{m}$ の粒子数は、それぞれ、 $3.0 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、 33 mN/m 、 0.16 S/m 、 40 nm 、2.4、 1.3×10^{10} 個で、ドロップ量は 31 ng であった。ま

(実施例9)

実施例1で用いた顔料分散液	50重量部
ジプロピレングリコール (S. P. 値: 約13)	15重量部
ジエチレングリコールモノブチルエーテル	
(S. P. 値: 約10.5、 $\gamma = 34 \text{ mN/m}$)	5重量部
安息香酸Na	0.5重量部
スチレン-アクリル酸エステル-アクリル酸エマルション	
(平均分子量12000、酸価約20)	1.0重量部
純水	28.5重量部

べて○であった。

【0060】(実施例7) プラズマ処理を行ったカーボンブラック (Special Bk 4A) を、カーボン濃度が20%となるように、水を溶媒として、高圧ホモジナイザーを用い分散させた後、遠心分離処理 (7000r.p.m.、30分) して、顔料分散液 (カーボン濃度15.6wt%) を得た。

7×10^{10} 個で、ドロップ量は 44 ng であった。乾燥時間は2秒、画像品質テスト、耐摩擦性テスト、耐目詰まり性テスト及びインク保存安定性テストの結果は、すべて○であった。

【0062】

た、乾燥時間は4秒、画像品質テスト、耐摩擦性テスト、耐目詰まり性テスト及びインク保存安定性テストの結果は○であった。なお、ドロップ量は、 600 dpi の試作ヘッドを用い、実施例1と同じ条件で吐出量を測定した。

【0064】

【0065】上記の各成分を十分混合し、1 μ mフィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度、表面張力、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び>0.5 μ mの粒子数、3.2mPa s、36mN/m、3.2mPa s、0.22S/m、40nm、2.4、 1.5×10^{10} 個で、ドロップ量は31ngであった。

(実施例10)

実施例3で用いた顔料分散液	30重量部
グルコース	10重量部
1,5-ペンタンジオール (S.P.値:約12.5)	10重量部
ジプロピレングリコールモノプロピルエーテル (S.P.値:約10.5、 $\gamma=28$ mN/m)	12重量部
サーフィノール104	0.1重量部
N-(2-アセトアミド)イミノ二酢酸	0.5重量部
LiOH	0.1重量部
純水	37.3重量部

【0067】上記の各成分を十分混合し、1 μ mフィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度、表面張力、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び>0.5 μ mの粒子数は、3.4mPa s、30mN/m、0.22S/m、25nm、2.1、 3.9×10^{10} 個で、ドロップ量は45ngであった。乾燥時間は1s、画像品質テスト、耐摩擦性テスト、及び耐目詰まり性テストの結果は○で、インク保存安定性テストの結果

上記顔料分散液	25重量部
グリセリン (S.P.値:約20)	15重量部
ジプロピレングリコールモノブチルエーテル (S.P.値:約10、 $\gamma=29$ mN/m)	5重量部
ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー (HLB約10)	0.3重量部
PROXEL GXL	0.03重量部
純水	53.7重量部

【0069】上記の各成分を十分混合し、2 μ mフィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度、表面張力、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び>0.5 μ mの粒子数は、2.8mPa s、32mN/m、0.22S/m、87nm、2.4、 5.7×10^{10} 個で、ドロップ量は46ngであった。乾燥時間は1.5秒、画像品質テスト、耐摩擦性テスト、耐目詰まり性テストの結果は○で、インク保存安定性テストの結果は△であった。

【0070】(実施例12) 実施例11の遠心分離処理及び活性炭吸着処理工程を行わないこと以外は、実施例(比較例5)

実施例1で用いた顔料分散液	50重量部
ジエチレングリコール	15重量部
テトラエチレングリコールモノメチルエーテル (S.P.値:約10.5、 $\gamma=50$ mN/m)	5重量部
チオ尿素	5重量部
純水	25重量部

また乾燥時間は1.5秒、画像品質テスト、耐摩擦性テスト、耐目詰まり性テスト、及びインク保存安定性テストの結果は○であった。なお、ドロップ量は、600dpiの試作ヘッドを用い、実施例1と同じ条件で吐出量を測定した。

【0066】

は△であった。

【0068】(実施例11) プラズマ処理フタロシアニン顔料を、顔料濃度20%になるように水を溶媒として、高圧ホモジナイザーを用い分散させた後、遠心分離処理(7000r.p.m.、30分)し、活性炭吸着処理を行い、その後5 μ mフィルターでろ過し、顔料分散液(フタロシアニン顔料濃度14.7%)を得た。

11と同じ組成及び方法によりインクを調製した。インクの粘度は2.8mPa s、表面張力は32mN/m、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び>0.5 μ mの粒子数はそれぞれ、0.24S/m、110nm、3.2、 9.0×10^{10} 個で、Fe及びMgの含有量はそれぞれ、15ppm、10ppm、ドロップ量は46ngであった。乾燥時間は1.5秒で、画像品質テストの結果は○、耐摩擦性テスト、インク保存安定性テスト及び耐目詰まり性テストの結果は△であった。

【0071】

【0072】上記の各成分を十分混合し、1 μ mフィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度は2.7mPas、表面張力は47mN/m、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び>0.5 μ mの粒子数は、それぞれ、0.14S/m、28nm、1.9、0.

(比較例6)

実施例2で用いた顔料分散液
ジエチレングリコール
プロピレングリコールモノブチルエーテル
(S.P.値:約10.5、 γ =26mN/m)
純水

上記の各成分を十分混合し、1 μ mフィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度、表面張力、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び>0.5 μ mの粒子数は、それぞれ、3.2mPas、33mN/m、0.16S/m、44nm、2.8、7.5 $\times 10^{10}$ 個

(実施例13)

実施例4で用いた顔料分散液
1, 2, 6-ヘキサントリオール (S.P.値:約15)
エチレングリコールモノプロピルエーテル
(S.P.値:約11、 γ =32mN/m)
オキシエチレンオレイルエーテル (HLB約10)
純水

【0075】上記の各成分を十分混合し、1 μ mフィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。インクの粘度、表面張力、導電率、数平均分散粒径、粒度分布、及び>0.5 μ mの粒子数は、2.5mPas、39mN/m、0.13S/m、20nm、2.1、1.2 $\times 10^{10}$ 個で、ドロップ量は27ngであった。なお、ドロップ量は、600dpiの試作ヘッドを用い、実施例1と同じ条件で吐出量なお、ドロップ量を測定した。評価用に試作したメインパルス、ブレパルス、及びブレパルス

・シアンインク

Projet Fast Cyan. 2: ZENECA社製 4重量部
ブチルカルビトール 5重量部
チオジエタノール 15重量部
純水 76重量部

上記の各成分を十分混合溶解し、0.45 μ mフィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。

【0077】・マゼンタインク

Projet Fast Cyan. 2: ZENECA社製の代わりに、Projet Fast Magenta 2を用いたこと以外は、同じ組成で各成分を十分混合溶解し、0.45 μ mフィルターで加圧ろ過し、インクを調製した。

・イエローインク

Projet Fast Cyan. 2: ZENECA社製の代わりに、Projet Fast Yellow 2を用いたこと以外は、同じ組成で各成分を十分混合溶解し、0.45 μ mフィルターで加圧ろ過し、イン

8 $\times 10^{10}$ 個で、ドロップ量は53ngであった。画像品質テスト、耐目詰まり性テスト、インク保存安定性テストの結果は○であったが、乾燥時間は30秒、耐摩擦性テストの結果は×であった。

【0073】

35重量部
5重量部
20重量部
40重量部

で、ドロップ量は48ngであった。乾燥時間は1秒、耐摩擦性テスト、耐目詰まり性テストの結果は○であったが、画像品質テスト、インク保存安定性テストの結果は×であった。

【0074】

50重量部
10重量部
10重量部
0.2重量部
29.8重量部

とメインパルスとの間の休止期間とで構成される駆動信号を印加することにより、1個の液滴を形成する方法を採用した、解像度600dpiのサーマルインクジェットプリンタを用いて、画像品質テスト、耐摩擦性テスト、耐目詰まり性テスト、乾燥時間テスト、及びインク保存安定性テストを実施した。乾燥時間は4秒でその他のテスト結果はすべて○であった。

【0076】(実施例14)下記組成のインクを調製した。

クを調製した。

【0078】(試験例2)

(12)重ね画像品質テスト

実施例1のインク、並びに実施例14で得られたシアンインク、マゼンタインク及びイエローインクを用いて、下記の評価を実施した。

【0079】評価用に試作した解像度400dpiのサーマルインクジェットプリンタを用いて、代表的な普通紙としてFX-L紙(富士ゼロックス社製)を用い、その紙上に、カラー背景部に対する黒色1dotライン及び各色が隣接するソリッド画像パターン印字テストを行った。評価項目として、ラインの滲み、ソリッド画像隣接部の均一性を調べ、評価は下記の基準で行った。

【0080】 a) ラインしみ
 ○・・・・・・しみなし
 △・・・・・・しみわずかにあり
 ×・・・・・・多くの部分でヒゲ状のしみあり

b) ソリッド均一性

○・・・・・・乱れなし

・固着剤A

スチレン-マレイン酸Li共重合体

エチレングリコール

ポリオキシエチレンオレイルエーテル

イソプロピルアルコール

純水

評価用に試作した解像度400dpiのサーマルインクジェットプリンタを用い、代表的な普通紙としてFX-L紙（富士ゼロックス社製）を用い、その紙上に、固着剤Aを吐出後、5秒以内に実施例1のインクを重ね印字させ、上記（9）の画像品質テストを実施した。画像品質テストの結果は○で、実施例1よりもより高い画像濃度を示した。

【0082】（試験例4）実施例2のインク及び下記組成の固着剤を用いて、下記の評価を実施した。 20

・固着剤B

塩化ベンザルコニウム 1重量部

ポリアリルアミン塩酸塩 5重量部

グリセリン 15重量部

純水 79重量部

試験例3と同様の画像品質テストを実施した。画像品質テストの結果は○で、実施例2よりも高い画像濃度を示

△・・・・・・わずかに乱れあり

×・・・・・・ガタガタで滑らかさに欠ける

以上a)、b)の評価結果は、いずれのインクについても○であった。

【0081】（試験例3）実施例1のインク及び下記組成の固着剤を用いて、下記の評価を実施した。

5重量部

15重量部

0.2重量部

3重量部

76.8重量部

した。

【0083】（試験例5）実施例1のインクを用いて、下記の評価を実施した。評価用に試作した800dpiのインクジェットプリンタを用いたこと以外は、試験例1の（6）及び（7）と同様に、1ドロップ当たりの吐出量、乾燥時間を求めた。また、同じプリンタを用い、代表的な普通紙として、FX-L紙（富士ゼロックス社製）上に8ポイントの文字を印字した。1ドロップ当たりの吐出量は13ng、乾燥時間は1秒、文字品位は試験例1の（8）で用いたプリンタで印字したときに比べて優れていた。

【0084】

【発明の効果】本発明のインクジェット記録用インクは、普通紙上における乾燥が速く、印字品質、耐水性／耐擦過性及び長期保存安定性が優れており、しかも、目詰まり等が起こることもない。